

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-061358
(43)Date of publication of application : 07.03.1997

(51)Int.CI. G01N 21/72
G01J 3/443
G01N 30/74

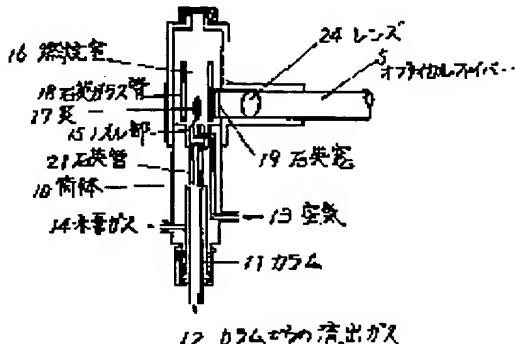
(21)Application number : 07-218969 (71)Applicant : SHIMADZU CORP
(22)Date of filing : 28.08.1995 (72)Inventor : SHIBAMOTO SHIGEAKI

(54) FLAME PHOTOMETRIC DETECTOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To prevent a light receiving part from being exposed to a high temperature so that the temperature can be set without being limited by the heat resisting temperature by arranging one end of an optical fiber near a combustion chamber, extending another end to the part never affected by the temperature, and optically connecting the light receiving part thereto.

SOLUTION: A quartz window (window part) 19 for detecting a flame 17 is provided on the side of a combustion chamber 16, and one end of an optical fiber 5 is arranged in the window part 19, for example, through an optical lens 24. Another end of the fiber 5 is optically connected to a light receiving part such as interference filter or photomultiplier within a range never affected by the temperature of a flame photometric detector(FPD). Since the cylinder temperature of the FPD can be thus set to a high temperature regardless of the interference filter or photomultiplier, the FPD can effectively exhibit the function even in the analysis of a high boiling point compound.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-61358

(43)公開日 平成9年(1997)3月7日

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

府内整理番号

F I

技術表示箇所

G 01 N 21/72

G 01 N 21/72

G 01 J 3/443

G 01 J 3/443

G 01 N 30/74

G 01 N 30/74

A

Z

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全4頁)

(21)出願番号

特願平7-218969

(71)出願人 000001993

株式会社島津製作所

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

(22)出願日 平成7年(1995)8月28日

(72)発明者 芝本繁明

京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所三条工場内

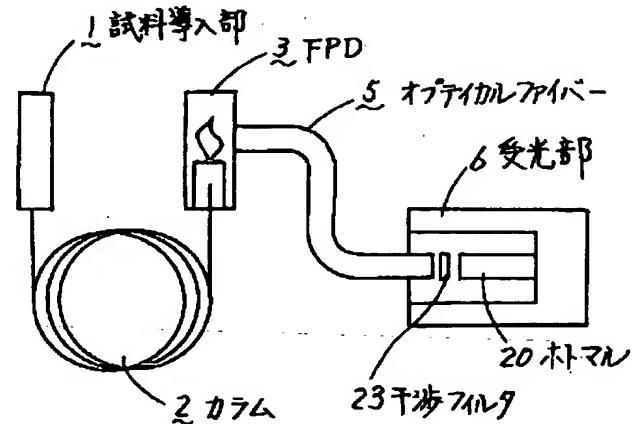
(74)代理人 弁理士 西岡義明

(54)【発明の名称】炎光光度検出器

(57)【要約】

【課題】従来のFPDにおいては燃焼室の近傍に干渉フィルタ、ホトマルが存在したためFPDに温度制限があり、かつ冷却手段の存在のため大型にならざるを得なかった。

【解決手段】FPD 3の燃焼室16の側方の窓部19にオプティカルファイバー5の一端を配置し、その他端に干渉フィルタ23、ホトマル20等から成る受光部6を光学的に接続し、センサー機構への温度の影響を除却するとともに冷却手段を不要とし小型化した。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 フレーム中に導入された試料中のリンまたは硫黄成分等を選択的に検出するものにおいて、フレームを発生する燃焼室の側方に設けられた光取り込み用の窓部と、この窓部にその一端が接続されたオプティカルファイバーと、このファイバーの他端に配置される受光部とから成り、受光部への温度の影響を除去した炎光度検出器。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 この発明は、例えばガスクロマトグラフ用の検出器として、リン化合物あるいは硫黄化合物等を選択的に高感度で検出できる炎光度検出器（F P D…FlamePhotometric Detector）の改良に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 この炎光度検出器（以下F P Dという）は、その特性上、リンおよび硫黄化合物に対して特に選択的に高い感度を有している。そのため多くの揮発性のリンおよび硫黄化合物、たとえば空気中の悪臭物質や食物中の残留農薬などが、F P Dをその検出器とするガスクロマトグラフで検出されている。

【0003】 図2は、このF P Dをガスクロマトグラフ用検出器として利用するときの構成の概略図であり、図において1は試料導入部で、導入された試料はカラム2で各成分に分離され、F P D 3で分離成分が検出される。

【0004】 この場合、F P Dはリン化合物あるいは硫黄化合物を特に選択的に検出する。なお4はデータ処理等を含む制御部である。

【0005】 図3は、上記に説明したF P Dの構成を説明する図であり、この図においてF P Dを構成する筒体10の一端にはガスクロマトグラフにおけるカラム11が挿入されており、このカラムから分離された成分の流出ガスが導入される。

【0006】 一方13は空気の導入管、14は水素ガスの導入管である。

【0007】 ガスクロマトグラフのキャリアーガスには普通窒素又はヘリウムガスが用いられ、このF P Dにおいては、カラム出口でカラムからの流出ガスと燃料である水素ガスとが混合する。この混合ガスは、バーナのノズル部15から燃焼室16へ導入され、この部分で助燃ガスとしての空気と混合して炎17を形成する。

【0008】 安定性をよくし、空気-水素（燃料）の比を一定にするために石英ガラス管18でシールドされている。

【0009】 カラム11からの流出ガスは上記炎15中に導かれて燃焼し、リン化合物あるいは硫黄化合物特有の波長の光を放出する。

【0010】 19は、この放出された光を効率よく受光部

20、干渉フィルタ21、光電子増倍管（以下ホトマルという）22に取り込むために設けられた石英窓、またはレンズである。

【0011】 なお、カラム11と燃焼室16との間は、カラムで分離された試料がF P Dの筒体等に吸着あるいは凝縮しないようにヒータで加熱できるようになっているとともに石英管23が設けられ、また燃焼室16と受光部20との間にはホトマル22あるいは干渉フィルタ21への熱の影響を防止するために冷却用フィン23が設けられたり、水冷コイルが巻きつけられている。

【0012】 一方受光部20の燃焼室側には光学フィルター21が設けられているが、この検出器では特定の元素の発する光のみを検出するため一般的には干渉フィルターが用いられている。例えばリン化合物の検出には528 nm付近の、硫黄化合物を検出するためには、394 nm付近の光だけを通す帯域フィルターが使用され、フィルターを通過した光はホトマルによって電気信号に変換される。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】 上記の従来のF P Dにおいては、カラムからの流出成分の吸着、あるいは凝縮を防止するためカラムから燃焼室部分に至る温度、つまりF P Dの温度をカラム温度より高くしているが、一方では干渉フィルター、ホトマルの耐熱上の問題から燃焼室との間に冷却フィンを設けているものの、その温度の影響を防止するには限度があり、よって高沸点化合物等の分析には温度を上げることができず、試料の吸着等の問題が発生し、また冷却フィン等を使用するためF P D自体が大型にならざるを得ない欠点があった。

【0014】

【課題を解決するための手段】 この発明は、オプティカルファイバーの一端をF P Dの燃焼室の近傍に配置し、他端を温度の影響が及ばないところまで延長して、フィルター、ホトマル等の受光部を光学的に接続するものである。

【0015】

【発明の実施の形態】 F P Dにおいてフレームを発生する燃焼室の側方に設けられた光取り込み用の窓部と、この窓部にその一端が接続されたオプティカルファイバーとを有するとともに、このファイバーの他端に受光部を配置するように構成したものである。

【0016】

【実施例】 図1は、ガスクロマトグラフの検出器としてこのF P Dを用いる基本構成を説明するもので、1は、ガスクロマトグラフの試料導入部、2はカラムで、F P D 3はこのカラムからの分離流出成分を検出するもので、図2と略同一である。

【0017】 5はこの発明により設けられたオプティカルファイバーで、その一端はF P Dの燃焼室の近傍に、他端は受光部6、例えば干渉フィルター23、ホトマル20

に光学的に接続される。

【0018】図4は、この発明のFPDの詳細を説明するもので、図3と同一符号は、図3と同一のものを示す。

【0019】図において、19は燃焼室16の側方において炎17を検出する石英窓（窓部）であり、この窓部にはオプティカルファイバー5の一端が、例えば光学レンズ24を介して配置されている。そしてこのファイバー5の他端は、図1に示したごとくFPDの温度に影響をうけない範囲で干渉フィルター、ホトマル等の受光部に光学的に接続される。

【0020】この結果、FPDの筒体温度を干渉フィルタ、ホトマル等に関係なく高温にすることができるので、高沸点化合物の分析においてもFPDは有効に機能を発揮することとなる。

【0021】一般的に試料によっても相違するが、カラム出口温度は200°C～250°Cに保持されている場合、FPDの筒体自体もこの温度以上に保持する必要があるが、一方干渉フィルターの耐熱性は低く60°Cでもその薄膜がはがれてしまうものもあり、よって従来のFPDにあっては、フィルターあるいはホトマルの熱伝達を極力減少させるため、冷却フィン等が必要となり、大型となっていた。

【0022】つぎに図5は図4の変形実施例であり、図4と同一番号は同一のものを示す。図5において、オプティカルファイバー5は途中で5'、5"…と分岐し、それぞれ干渉フィルター23、23'、23"、ホトマル20、20'、20"等と光学的に接続されている。

【0023】この場合、各々干渉フィルターの波長帯域を変化させることにより、例えばリン、硫黄、錫等を同時に測定することができる。

【0024】すなわちFPDは発光を利用した検出器であるので、リンおよび硫黄化合物以外の化合物に対しても使用できる。たとえば多くの金属は可視ないし紫外領域においていくつかの発光線を持っているのでFPDによってこれらの金属の検知は可能である。ただ通常の金属化合物の形ではその蒸気圧が低く、ガスクロマトグラフには不適であるので、それらの金属をハロゲン化物やキレートにして比較的高い蒸気圧を持つようする前処理は必要である。

【0025】この結果、 $ZrCl_4$ （測定波長564nm）、 $SnCl_4$ （測定波長358nm）、 $TiCl_4$ （測定波長544.9nm）等を測定することができるようになる。

【0026】以上の説明においては、オプティカルファイバーの他端に干渉フィルターを配置すると説明したが、ファイバーの端面自体にフィルター加工を施すことも可能であり、図5の構成において複数個のホトマルを用いているが、これらの出力を電子的に切換スキャンすることによっての検出も可能である。

【0027】また受光部を干渉フィルタ、ホトマルで構成すると便宜上説明したがホトマルを含む制御部、データ処理部等の検出表示部もこれらと一体、あるいはこれらに接続されている。

【0028】

【発明の効果】オプティカルファイバーを利用したので、干渉フィルター、ホトマルが高温にさらされないため、これらの耐熱温度に制限をうけることなくFPDの温度設定が可能であるとともに放熱フィン等の冷却機構も不要となるため小型化が図れ、かつオプティカルファイバーを図5のように分岐することによって、複数の元素の含有量を同時に測定することもできる。

【図面の簡単な説明】

【図1】ガスクロマトグラフの検出器としてこの発明のFPDを用いたときの構成を説明する図。

【図2】ガスクロマトグラフの検出器として従来のFPDを用いたときの構成を説明する図。

【図3】従来のFPDの構成を説明する図。

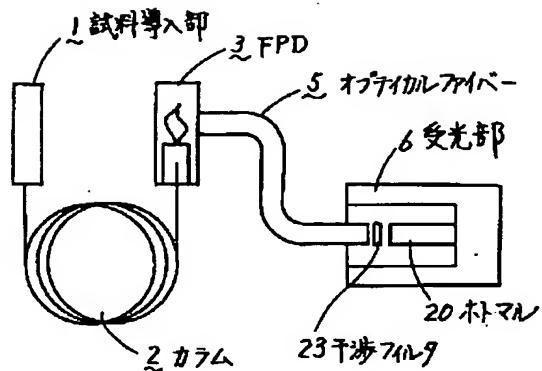
【図4】この発明のFPDの構成を説明する図。

【図5】ガスクロマトグラフの検出器としてこの発明のFPDを用いたときの他の実施例を説明する図。

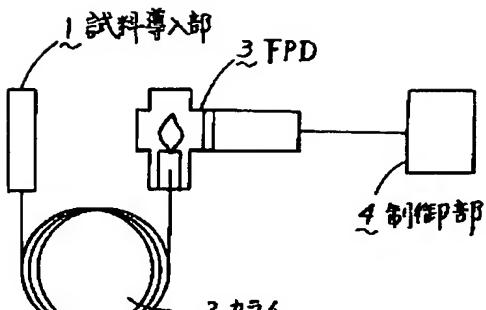
【符号の説明】

3…FPD	5、5'、5"…オプティカルファイバー
10…筒体	11…カラム
12…カラム流出ガス	13…空気
14…水素ガス	15…ノズル
16…燃焼室	17…炎
18…石英ガラス管	19…石英窓
20…光電子増倍管（ホトマル）	21…石英管
22…冷却フィン	23…干渉フィルタ
24…レンズ	

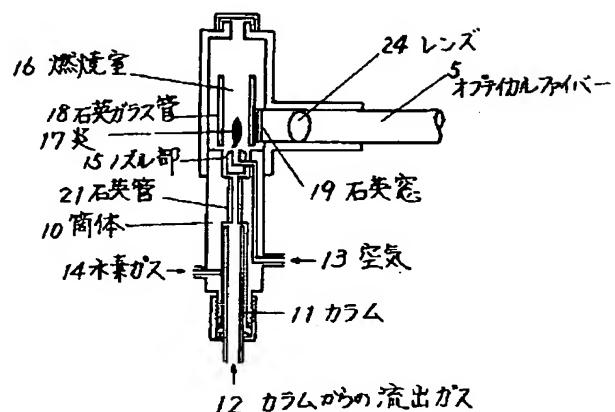
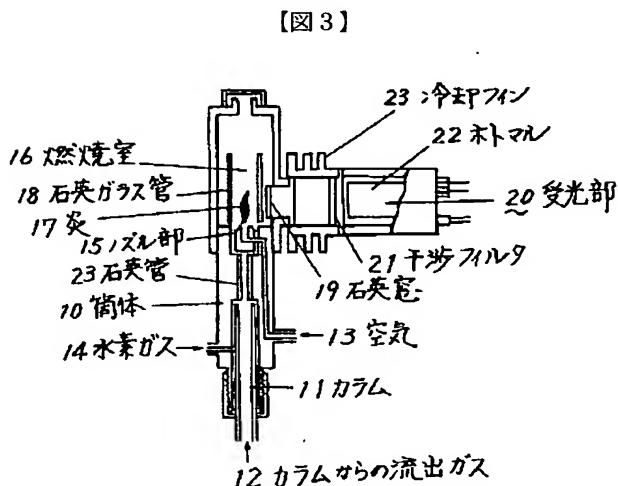
【図1】



【図2】



【図4】



【図5】

